

BEST AVAILABLE COPY

ČESKOSLOVENSKÁ  
SOCIALISTICKÁ  
REPUBLIKA

## PATENTOVÝ SPIS

146895

Právo k využití vynálezu přísluší státu  
podle § 3 odst. 6 zák. č. 34/1957 Sb.URAD PRO PATENTY  
A VYNÁLEZY

Přihlášeno 12. II. 1971 (PV 1065-71)

Vyloženo 28. II. 1972

Vydáno 15. I. 1973

NATIONAL REFERENCE LIBRARY  
OF SCIENCE AND INVENTION  
14 MAR 1973

PT 22 b 3/13

MPT C 09 b 5/04

DT 688.812.55

Dr. Ing. JOSEF ARIENT, DrSc., PARDUBICE

## Způsob přípravy 5,8-dimetylpyrazolantronu

1

Vynález se týká způsobu přípravy 5,8-dimetylpyrazolantronu redukcí diazotovaného 5,8-dimetyl-1-aminoantrachinonu.

Přesto, že příprava samotného nealkylovaného pyrazolantronu je předmětem řady vědeckých i patentových prací, příprava jeho C-alkylderivátů není popsána. Jeho 5,8-dimetylderivát připravený podle tohoto vynálezu má obdobné chemické vlastnosti jako základní pyrazolantron, v důsledku působení svých alkylových skupin zlepšuje v barvivách jejich koloristické vlastnosti.

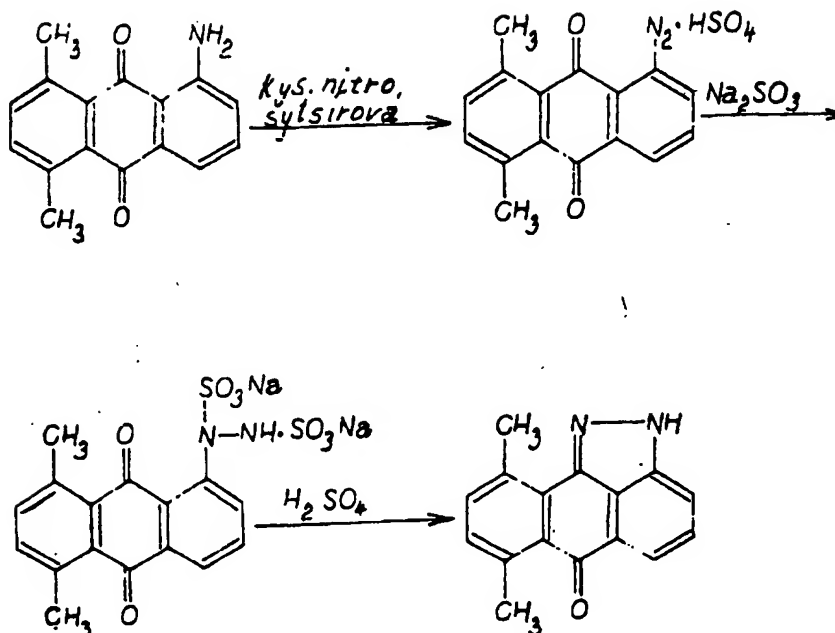
Způsobem podle tohoto vynálezu se 5,8-

2

dimetylpyrazolantron připravuje z 5,8-dimetyl-1-aminoantrachinonu diazotací a následující redukcí. Diazotace se provádí kyselinou nitrosylsírovou. Vzniklý diazoniumsulfát se redukuje se sířičkanem sodným na 5,8-dimetylantrachinonyl-1-hydrazindisulfonan, který se z vodného roztoku izoluje ve formě draselné soli. Zahřátím v prostředí kyseliny sírové se hydrazindisulfonan draselný hydrolyzuje a přechodně vzniklý dimetylantrachinonyl-1-hydrazin se současně cyklisuje na 5,8-dimetylpyrazolantron.

146895

146895



Všechny reakční stupně probíhají hladce a kvalita dimethylpyrazolantronu je postačující pro přípravu většiny barviv. Produkt je možno přefiltrat sublimací.

#### Příklad

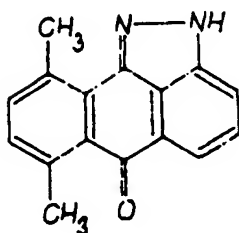
Do 150 g 94% kyseliny sírové se vnese za míchání 7,2 g dusičnanu sodného při maximální teplotě 40 °C. Po úplném rozpuštění se nitrosylsírová kyselina ochladí na 15–17 °C a vnese se do ní 22,3 g 5,8-dimethyl-1-aminanthracen-9,10-dionu. Zvolna se zahřeje na 30–35 °C a za míchání se udržuje na této teplotě 4 hodiny. Po ukončení diazotace (zkouška na Kj-škrobový papírek) se reakční směs vlije do 400 ml vody a 200 g ledu při teplotě 25 °C. Vyloučený diazoniumsulfát se odfiltruje na muči a třikrát promyje 20 ml 30% roztoku kuchyňské soli. První promývací podíl se jímá k hlavnímu filtrátu, ostatní se zpracují jako odpadní vody. K filtrátu (celkový objem 800 ml) se přidá 80 g kuchyňské soli a 5 g chloridu zinečnatého. Vyloučená podvojná sůl diazolatky s chloridem zinečnatým se odfiltruje, promyje asi 50 ml konc. roztoku NaCl a

přidá k hlavnímu podílu. Pasta diazolatky se vnese během 1 hodiny do roztoku siřičitanu sodného připraveného smísením 31,2 g NaHSO<sub>3</sub> ve formě 78 g 40% roztoku s 30 ml 10N louhu sodného, 450 ml vody a 50 g ledu. Teplota během vnášení diaza je 17 až 30 °C. Míchá se přes noc, roztok musí být stále alkalický na brillant. Příští den se zahřeje na 75 °C. Po rozpuštění všech komponent se přidá 3 g aktivního uhlí a roztok se za tepla skleruje. Aktivní uhlí se na filtru promyje teplou vodou, filtrát se za tepla vysolí 70 g KCl a ponechá se zvolna zchladnout na 20 °C. Vyloučená draselná sůl hydrazinsulfonátu se odsaje a suší ve vakuu při 50–60 °C. Vysušený produkt se zvolna a za míchání vnese do 240 g kyseliny sírové konc. při teplotě 40–50 °C a na této teplotě se vzniklý roztok udržuje 6–7 hodin. Teplota se zvýší na 90–95 °C a po 1hodinovém zahřívání na této teplotě se ochladí na 75 °C. Přikape se 240 ml vody, přičemž se teplota udržuje na 80 °C. Ochladí se na 25 °C a vyloučený dimethylpyrazolantron se odfiltruje na fritě. Promyje se vodou do neutrální reakce a suší ve vakuu při 100 °C.

Výtěžek je 19,8 g 99% produktu.

## PŘEDMĚT PATENTU

Způsob přípravy 5,8-dimetylpyrazolantronu vzorce

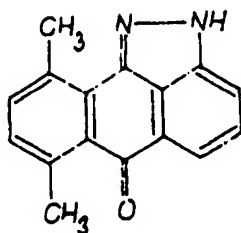


vyznačený tím, že 5,8-dimetyl-1-aminoantrachinon se diazotuje dusičnanem sodným v prostředí kyseliny sírové, vzniklá diazoniová sůl se redukuje roztokem stříčitanu sodného v alkalickém prostředí a redukční produkt se izoluje jako 5,8-dimetylantrachinon-1-hydrazindisulfonam draselný, který se koncentrovanou kyselinou sírovou při 90—95 °C cyklisuje na 5,8-dimetylpyrazolantron.

Severogralie, o. p., provozovna 32 Most

## PŘEDMĚT PATENTU

Způsob přípravy 5,8-dimetylpyrazolantronu vzorce



vyznačený tím, že 5,8-dimetyl-1-aminoantrachinon se diazotuje dusičnanem sodným v prostředí kyseliny sírové, vzniklá diazoniová sůl se redukuje roztokem siřičitanu sodného v alkalickém prostředí a redukční produkt se izoluje jako 5,8-dimetylantrachinon-1-hydrazindisulfonan draselný, který se koncentrovanou kyselinou sírovou při 90—95 °C cyklisuje na 5,8-dimetylpyrazolantron.

Severogralis, a. p., provozovna 32 Most

with BzCl in PhCl containing K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, I (R = H, R<sub>1</sub> = Bz) (91%) was formed.

=> s 79:6796/dn

L7 1 79:6796/DN

=> d 17 bib,abs

L7 ANSWER 1 OF 1 CAPLUS COPYRIGHT 2005 ACS on STN

AN 1973:406796 CAPLUS

DN 79:6796

TI 5,8-Dimethylpyrazolanthrone

IN Arient, Josef

SO Czech., 3 pp.

CODEN: CZXXA9

DT Patent

LA Czech

FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
	-----	----	-----	-----	-----
PI	CS 146895		19730115	CS 1971-1065	19710212
AB	5,8-Dimethylpyrazolanthrone (I) [40537-86-8] was prepared in 89% yield by diazotization of 5,8-dimethyl-1-aminoanthraquinone in nitrosyl sulfuric acid, isolation of the diazonium sulfate, reduction with NaHSO <sub>3</sub> in alkaline solution, and cyclization of the K 5,8-dimethylantraquinone-1-(hydazinedisulfonate) in concentrated H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .				

=> logoff

ALL L# QUERIES AND ANSWER SETS ARE DELETED AT LOGOFF

LOGOFF? (Y)/N/HOLD:y

COST IN U.S. DOLLARS

SINCE FILE

TOTAL

ENTRY

SESSION

FULL ESTIMATED COST

33.58

33.79

DISCOUNT AMOUNTS (FOR QUALIFYING ACCOUNTS)

SINCE FILE

TOTAL

ENTRY

SESSION

CA SUBSCRIBER PRICE

-5.11

-5.11

STN INTERNATIONAL LOGOFF AT 16:02:20 ON 10 FEB 2005

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**